

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 1 158 015 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
28.11.2001 Patentblatt 2001/48

(51) Int Cl.7: **C08J 3/20**, B29B 7/84
// C08L21/00

(21) Anmeldenummer: **01107774.0**

(22) Anmeldetag: **04.04.2001**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: **25.05.2000 DE 10025872**

(71) Anmelder: **Wacker-Chemie GmbH
81737 München (DE)**

(72) Erfinder:
• **Heisler, Manfred, Dr.
84547 Emmerting (DE)**

- **Huber, Helmut
84547 Emmerting (DE)**
- **Schlierf, Alois
84489 Burghausen (DE)**
- **Schöffel, Christoph
84489 Burghausen (DE)**
- **Schuster, Johann, Dr.
84547 Emmerting (DE)**

(74) Vertreter: **Fritz, Helmut, Dr. et al
Wacker-Chemie GmbH,
Zentralabteilung Patente,
Marken und Lizenzen,
Hanns-Seidel-Platz 4
81737 München (DE)**

(54) **Verfahren zur Herstellung von feststoffhaltigen Kautschukmassen**

(57) Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Kautschukmassen, welche gashaltigen

Feststoff umfassen, bei dem der Feststoff unmittelbar vor dem Vermischen mit Kautschukgrundpolymer durch Entgasung verdichtet wird.

EP 1 158 015 A1

BEST AVAILABLE COPY

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Kautschukmassen, welche gashaltigen Feststoff umfassen.

[0002] Gashaltige Feststoffe mit niedrigem Schüttgewicht, wie pyrogen hergestellte Kieselsäure und Ruß sind schwer in Kautschukmassen einzumischen. Deren große Oberfläche, die mit dem Gas belegt ist, wird nur durch zeitintensives Mischen mit den Grundpolymeren und anderen Bestandteilen der Kautschukmassen benetzt, da das Gas verdrängt werden muß. Wenn der Feststoff zu schnell zudosiert wird, bildet sich in der Mischeinrichtung um Wandung und Mischflügel oder Schnecke eine lockere Feststoffschicht. Dadurch wird die Reibung sehr stark herabgesetzt und die zur Vermischung notwendigen Scherkräfte werden nicht erreicht. Folglich wird der Durchsatz einer Vorrichtung zur Herstellung von Kautschukmassen maßgeblich von der Einmischung der gashaltigen Feststoffe bestimmt.

[0003] Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, ein Verfahren zur Herstellung von Kautschukmassen bereitzustellen, bei welchem die gashaltigen Feststoffe schneller eingemischt werden können.

[0004] Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Kautschukmassen, welche gashaltigen Feststoff umfassen, bei dem der Feststoff unmittelbar vor dem Vermischen mit Kautschukgrundpolymer durch Entgasung verdichtet wird.

[0005] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird das Schüttgewicht des gashaltigen Feststoffs an der Einmischstelle erhöht. Es muß weniger Volumen pro Zeit eingemischt werden. Dadurch erfolgt die Einmischung des Feststoffs schneller. Die Herstellung der Kautschukmassen wird so wesentlich beschleunigt, insbesondere bei kontinuierlicher Fahrweise.

[0006] Beispiele für Kautschukmassen, die nach dem Verfahren hergestellt werden können sind Naturkautschuk und Synthesekautschuke, wie synthetischer Polyisoprenkautschuk, Buna, SR, SBR, CR, BR, Polyurethankautschuk, NBR, IIR, BIIR, CO, ECO, CSM, EVA, EVM, PNR, ACM, ANM, FPM, FKM, CFM, PNF, TR, TPR, EPDM, EPM, TRP, Cyclokautschuk und Siliconkautschuke, wie HTV, RTV, LSR. Besonders vorteilhaft wirkt sich die Beschleunigung bei der kontinuierlichen Herstellung der HTV-Siliconkautschukmassen aus, die üblicherweise hochviskos sind.

[0007] Der gashaltige Feststoff enthält üblicherweise ein Gas, welches gegenüber dem Feststoff und den Bestandteilen der Siliconkautschukmasse inert ist, beispielsweise Stickstoff, Argon oder Luft. Der gashaltige Feststoff ist vorzugsweise fluidisierbar. Der gashaltige Feststoff weist vorzugsweise ein Schüttgewicht von höchstens 0,4 g/cm³, besonders bevorzugt höchstens 0,3 g/cm³, insbesondere höchstens 0,2 g/cm³ auf.

[0008] Beispiele für gashaltige Feststoffe sind verstärkende Füllstoffe, also Füllstoffe mit einer BET-Oberfläche von mindestens 50 m²/g, wie pyrogen hergestellte

Kieselsäure, gefällte Kieselsäure, Ruß, wie Furnace- und Acetylenruß und Silicium-Aluminium-Mischoxide großer BET-Oberfläche und faserförmige Füllstoffe, wie Asbest sowie Kunststoffasern.

[0009] Da der gashaltige Feststoff unmittelbar vor dem Vermischen verdichtet wird, kann Transport, Förderung und Dosierung des gashaltigen Feststoffs in üblicher Weise erfolgen.

[0010] Die Entgasung des gashaltigen Feststoffs kann durch Abziehen des Gases unter vermindertem Druck, durch mechanisches Verdichten oder eine Kombination daraus erfolgen. Druckempfindliche Feststoffe, deren Struktur durch mechanische Kräfte beeinträchtigt werden kann, werden vorzugsweise durch Abziehen des Gases unter vermindertem Druck verdichtet. Geeignete Einrichtungen zur Entgasung unter vermindertem Druck sind beispielsweise Vakuumförderschnecken. Geeignete Einrichtungen zum mechanischen Verdichten sind beispielsweise Presswalzen. Besonders wirksame Entgasung erfolgt in Vakuumpresswalzen, in denen unter vermindertem Druck und gleichzeitig mechanisch verdichtet wird und der Verdichtungsgrad über Druck sowie Drehzahl und Spaltbreite der Walzen geregelt werden kann.

[0011] Geeignet zum Vermischen der gashaltigen Feststoffe mit Kautschukgrundpolymer und gegebenenfalls weiteren Bestandteilen der Kautschukmasse sind die bei der Herstellung von Kautschukmassen üblichen Mischeinrichtungen. Beispiele hierfür sind Statik- und Dynamikmischer, vorzugsweise Dynamikmischer, diskontinuierliche und kontinuierliche Mischeinrichtungen. Beispiele für diskontinuierliche Mischeinrichtungen sind Rührwerke, Sigmaknetter, Stempelknetter, Mischwalzenwerke, Innenmischer und Dissolver. Beispiele für kontinuierliche Mischeinrichtungen sind Mischturbinen, Preßmischer und Schneckenknetter, wie Einschnellen-, Doppelschnecken-, oszillierender Pilgerschritt- und Conterna®-Knetter.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Kautschukmassen, welche gashaltigen Feststoff umfassen, bei dem der Feststoff unmittelbar vor dem Vermischen mit Kautschukgrundpolymer durch Entgasung verdichtet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem Siliconkautschukmassen hergestellt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, bei dem der gashaltige Feststoff ein Schüttgewicht von höchstens 0,4 g/cm³ aufweist.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, bei dem die Entgasung des gashaltigen Feststoffs durch Abziehen des Gases unter vermindertem Druck erfolgt.

5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, bei dem die Entgasung des gashaltigen Feststoffs durch mechanisches Verdichten erfolgt.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

BEST AVAILABLE COPY



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 01 10 7774

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
Y	DATABASE CHEMABS 'Online! CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; MIYAJI, MITSUO ET AL: "Continuous manufacture of resin compositions containing inorganic fillers with uniform quality" retrieved from STN Database accession no. 128:258102 CA- XP002173159 * Zusammenfassung * & JP 10 100144 A (KURIMOTO, LTD., JAPAN) 21. April 1998 (1998-04-21)	1-5	C08J3/20 B29B7/84 //C08L21/00
Y	EP 0 945 494 A (MITSUBISHI CHEM CORP) 29. September 1999 (1999-09-29) * Ansprüche *	1-5	
X	US 1 438 735 A (WILLIAMS ROBERT R) 12. Dezember 1922 (1922-12-12) * Ansprüche 1,6-8 *	1,4	
X	US 1 540 049 A (WILLIAMS ROBERT R) 2. Juni 1925 (1925-06-02) * Ansprüche 1,11-13 *	1,4	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7) C08J B29B C08K
Recherchenort		Abschlußdatum der Recherche	
DEN HAAG		25. Juli 2001	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		Prüfer	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		I : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patendokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03 92 (P04C03)

BEST AVAILABLE COPY

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 01 10 7774

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

25-07-2001

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
JP 10100144 A	21-04-1998	KEINE	
EP 0945494 A	29-09-1999	CA 2201233 A	27-09-1998
		JP 9143389 A	03-06-1997
		JP 9169928 A	30-06-1997
		JP 9170992 A	30-06-1997
		JP 9169926 A	30-06-1997
		JP 9169509 A	30-06-1997
		JP 9169929 A	30-06-1997
		JP 9169510 A	30-06-1997
		JP 9169927 A	30-06-1997
		JP 9169511 A	30-06-1997
		WO 9711128 A	27-03-1997
		JP 9142818 A	03-06-1997
		JP 10007930 A	13-01-1998
US 1438735 A	12-12-1922	KEINE	
US 1540049 A	02-06-1925	KEINE	

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)

STN Karlsruhe

L7 ANSWER 1 OF 1 WPIDS COPYRIGHT 2004 THOMSON DERWENT on STN

ACCESSION NUMBER: 1987-206958 [30] WPIDS

DOC. NO. CPI: C1987-086679

TITLE: Continuous prodn. of RTV silicone materials - comprises mixing in a continuous closed mixer, followed by incorporation of remaining ingredients in an oscillating kneader.

DERWENT CLASS: A26

INVENTOR(S): KREMER, P; STARY, F

PATENT ASSIGNEE(S): (WACK) WACKER CHEM GMBH

COUNTRY COUNT: 14

PATENT INFORMATION:

PATENT NO	KIND	DATE	WEEK	LA	PG	MAIN	IPC
DE 3601324	A	19870723	(198730)*		5		<--
EP 234226	A	19870902	(198735)	GE			
R: AT BE CH DE FR GB IT LI NL							
JP 62167324	A	19870723	(198735)				
AU 8767632	A	19870723	(198736)				
US 4737561	A	19880412	(198817)		6		
CA 1252939	A	19890418	(198920)				
EP 234226	B	19920415	(199216)	GE	8		
R: AT BE CH DE FR GB IT LI NL							
DE 3778180	G	19920521	(199222)			C08J003-20	
JP 06045703	B2	19940615	(199422)		6	C08J003-20	

APPLICATION DETAILS:

PATENT NO	KIND	APPLICATION	DATE
DE 3601324	A	DE 1986-3601324	19860117
EP 234226	A	EP 1987-100479	19870116
JP 62167324	A	JP 1987-1164	19870108
US 4737561	A	US 1986-948193	19861231
EP 234226	B	EP 1987-100479	19870116
DE 3778180	G	DE 1987-3778180	19870116
		EP 1987-100479	19870116
JP 06045703	B2	JP 1987-1164	19870108

FILING DETAILS:

PATENT NO	KIND	PATENT NO
DE 3778180	G Based on	EP 234226
JP 06045703	B2 Based on	JP 62167324

PRIORITY APPLN. INFO: DE 1986-3601324 19860117

REFERENCE PATENTS: A3...9010; FR 1506697; FR 2289572; FR 2292744; GB 1174219; No-SR.Pub; US 4515932

INT. PATENT CLASSIF.:

MAIN: C08J003-20
 SECONDARY: B29C047-76; C08G077-06; C08G085-00; C08J003-24;
 C08L083-04
 INDEX: C08L083:

BEST AVAILABLE COPY

STN Karlsruhe

BASIC ABSTRACT:

DE 3601324 A UPAB: 19930922

A process is claimed for the continuous two-stage prodn. of room temp.-crosslinkable silicone materials (I) from diorgano(poly)siloxanes (II), crosslinker (III), catalyst, filler, etc. In stage (1), (II) is blended with filler and possibly either catalyst or (III), and possibly all or part of any other additives, in a continuous closed mixer; stage (2) is carried out in an oscillating Pilgrim step-masticator, and comprises the admixture of the (III) or/and catalyst not added in (1), with the rest of the other opt. additives.

The final prod. is discharged through a screw spindle pump, with self-purging de-aeration. Pref., an axial-flow turbine mixer is used in stage (1), or the same kneader mixer as in stage (2).

ADVANTAGE - The process enables continuous prodn. of RTV silicone materials, esp. of the single-component type. It facilitates the blending of components and requires no intermediate cooling period (in contrast with prior-art processes).

0/1

FILE SEGMENT: CPI

FIELD AVAILABILITY: AB

MANUAL CODES: CPI: A06-A00B; A08-D01; A08-R01; A11-A03

=>